



19 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

12 Offenlegungsschrift  
10 DE 195 31 849 A 1

21 Aktenzeichen: 195 31 849.8  
22 Anmeldetag: 11. 8. 95  
43 Offenlegungstag: 7. 3. 96

61 Int. Cl. 6:  
C 08 L 25/04  
C 08 K 5/10  
C 08 L 91/00  
C 09 J 125/04  
C 09 D 125/04  
C 09 K 3/10  
C 14 C 11/00  
C 08 J 5/12  
C 08 J 7/04  
D 06 N 3/04  
B 05 D 7/28

DE 195 31 849 A 1

// C08K 5/103 (C09J 11/06,191:00)C09D 5/02,C09J 7/04,C08J 3/03 (C09D 7/12,191:00)

30 Innere Priorität: 32 33 31  
31.08.94 DE 44 30 875.2

71 Anmelder:  
Henkel KGaA, 40589 Düsseldorf, DE

72 Erfinder:  
Böge, Kai, Dr., 40217 Düsseldorf, DE; Dziallas,  
Michael, Dr., 42781 Haan, DE; Helpenstein, Klaus,  
41199 Mönchengladbach, DE; Klauck, Wolfgang, Dr.,  
40670 Meerbusch, DE; Klein, Johann, Dr., 40233  
Düsseldorf, DE; Loth, Helmuth, 45131 Essen, DE;  
Urbath, Hartmut, 42389 Wuppertal, DE; Windhövel,  
Udo, Dr., 40789 Monheim, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Polystyrol-Bindemittel

67 Es werden Polystyrol-Bindemittel beschrieben, die durch Fettstoffe modifiziert wurden. Als Fettstoffe kommen besonders in Frage: Ester von Fettsäuren oder Fettalkoholen, insbesondere Triglyceride von höheren Fettsäuren, vorzugsweise natürliche Fette und Öle. Sie können dem Bindemittel in hohen Konzentrationen zugesetzt werden, ohne daß dadurch die Bindungseigenschaften unbrauchbar werden. Ihr Zusatz ist aber vorteilhaft bezüglich der Benetzungseigenschaften, der Wasserfestigkeit und vor allem der Härte. Auf Basis der erfindungsgemäßen Bindemittel können vor allem Dispersions-Klebstoffe, Schmelzklebstoffe und Dichtungsmassen verbessert werden.

EPG - BG 1

26. 04. 2004

47

DE 195 31 849 A 1

Ölpalmen, Ölpalmkernen und Ölbaumen und deren Methylester. Bevorzugte Fette und Öle sind z. B. Rindertalg mit einer Kettenverteilung von 67% Ölsäure, 2% Stearinsäure, 1% Heptadecansäure, 10% gesättigte Säuren der Kettenlänge C12 bis C16, 12% Linolsäure und 2% gesättigte Säuren mit > C18 Kohlenstoffatomen oder z. B. das Öl der neuen Sonnenblume (NSb) mit einer Zusammensetzung von ca. 80% Ölsäure, 5% Stearinsäure, 8% Linolsäure und ca. 7% Palmitinsäure. Selbstverständlich können z. B. auch die entsprechenden Epoxide und Umsetzungsprodukte mit Maleinsäureanhydrid verwendet werden. Weitere Beispiele sind partiell und vollständig dehydratisiertes Ricinöl, partiell acetyliertes Ricinusöl, Ringöffnungsprodukte von epoxydiziertem Sojaöl mit Dimerfettsäure.

Außerdem können Fettsäureester und ihre über Epoxidation zugänglichen Derivate verwendet werden. Als Beispiel für derartige Ester seien genannt: Sojafettsäuremethylester, Leinölfettsäuremethylester, Ricinolsäuremethylester, Epoxystearinsäuremethylester, Epoxystearinsäure-2-ethylhexylester. Von den Glyceriden werden die Triglyceride bevorzugt, z. B. Rüböl, Leinöl, Sojaöl, Ricinusöl, partiell und vollständig dehydratisierte Ricinusöle, partiell acetyliertes Ricinusöl, Sojaölepoxid, Leinölepoxid, Rübölepoxid, epoxidiertes Sonnenblumenöl.

Vorzugsweise werden mit Nucleophilen ringgeöffnete epoxidierte Triglyceride ungesättigter Fettsäuren eingesetzt. Unter Nucleophilen sind Alkohole wie z. B. Methanol, Ethanol, Ethylenglykol, Glycerin oder Trimethylolpropan, Amine wie z. B. Ethanolamin, Diethanolamin, Triethanolamin, Ethylendiamin oder Hexamethylendiamin oder Carbonsäuren wie z. B. Essigsäure, Dimerfettsäure, Maleinsäure, Phthalsäure oder ein Gemisch von Fettsäuren mit 6 bis 36 C-Atomen zu verstehen.

Die Fette und Öle (Triglyceride) können sowohl in nativer Form als auch nach thermischer und/oder oxidativer Behandlung bzw. die über Epoxidation oder über die Addition von Maleinsäureanhydrid bzw. Acrylsäure zugänglichen Derivate eingesetzt werden. Konkrete Beispiele sind: Palmöl, Erdnußöl, Rüböl, Baumwollsaatöl, Sojaöl, Ricinusöl, partiell und vollständig dehydratisierte Ricinusöle, partiell acetylierte Ricinusöle, Sonnenblumenöl, Leinöl, Standöle, geblasene Öle, epoxidiertes Sojaöl, epoxidiertes Leinöl, Rapsöl, Kokosöl, Palmkernöl und Talge.

Als Derivate können auch Amide der obengenannten Fettsäuren verwendet werden. Diese können durch Umsetzung mit primären und sekundären Aminen oder Polyaminen erhalten werden, z. B. mit Monoethanolamin, Diethanolamin, Ethylendiamin, Hexamethylendiamin, Ammoniak.

Unter "Fettalkoholen" werden Verbindungen verstanden, die eine oder mehrere Hydroxylgruppen enthalten. Die Hydroxylgruppen können mit gesättigten, ungesättigten, unverzweigten oder verzweigten Alkylresten mit mehr als 8, insbesondere mehr als 12 C-Atomen verbunden sein. Sie können neben den für die spätere Umsetzung mit den Alkylenoxiden notwendigen  $-SH$ ,  $-C \equiv C-$ ,  $-COOH$ , Amino, Säureanhydrid-Gruppen oder Epoxidgruppen weitere Gruppen enthalten, z. B. Ether-, Ester-, Halogen-, Amid-, Amino-, Harnstoff- und Urethan-Gruppen. Konkrete Beispiele für die erfindungsgemäßen Fettalkohole sind: Ricinoleylalkohol, 12-Hydroxystearylalkohol, Oleylalkohol, Erucylalkohol, Linoleylalkohol, Linolenylalkohol, Arachidylalkohol, Gadoleylalkohol, Erucylalkohol, Brassidylalkohol, Dimerdiol (= Hydrierungsprodukt des Dimerfettsäuremethylesters).

Eingesetzt werden können auch verzweigte Alkohole, sogenannte Guerbetalkohole, die sich aus der Kondensation von linearen, gesättigten oder ungesättigten Alkoholen ergeben. Beispiele hierfür sind: 2-Ethylhexanol, 2-Butyloctanol, 2-Hexyldecanol, 2-Tetradecyloctandecanol, 2-Hexadecyl-C<sub>20</sub>-alkohol, außerdem auch Isostearalkohol sowie Gemische, die sich aus der Guerbetisierung technischer Alkohole ergeben.

Als Derivate der Fettalkohole können symmetrische und unsymmetrische Ether und Ester mit Mono- und Polycarbonsäuren eingesetzt werden. Unter Monocarbonsäuren versteht man Ameisen-, Essig-, Propion-, Buttersäure, Valerian-, Capron-, Önanth-, Capryl-, Pelargon-, Caprin-, Undecan-, Laurin-, Tridecan-, Myristin-, Pentadecan-, Palmitin-, Margaritin-, Stearin-, Nonadecan-, Arachin-, Behen-, Lignocerin-, Cerotin- und Melissinsäure. Polycarbonsäuren sind z. B. Oxalsäure, Adipinsäure, Maleinsäure, Weinsäure und Zitronensäure. Gleichzeitig können als Carbonsäure auch die oben beschriebenen Fettsäuren eingesetzt werden, wie z. B. Ölsäureoleylester.

Die Fettalkohole können auch verethert sein, insbesondere mit mehrwertigen Alkoholen, z. B. Alkylpolyglykoside, Dimerdiolether.

Das Gewichtsverhältnis des Styrol-Polymerisats zu dem weichmachenden Fettstoff beträgt 100 : 0,5 bis 50, vorzugsweise 100 : 2,5 bis 40 und vor allem 100 : 7,5 bis 15.

Die erfindungsgemäßen Massen können neben diesen beiden wesentlichen Komponenten noch weitere Stoffe enthalten, z. B. Antioxidantien, Pigmente, Füllstoffe, Weichmacher, Konservierungsmittel, Entschäumer, Filmbildungsmittel, Geruchsstoffe, Wasser, Haftvermittler, Lösungsmittel, Farbstoffe, Flammenschutzmittel, Verlaufs- und Hilfsmittel, Harze, Tackifier, Viskositätsregulatoren, Dispergierhilfsmittel (z. B. Na- oder Ammoniumsalz von Polyacrylsäure), Emulgatoren (z. B. Alkyletherphosphate und Sulfosuccinate) und Verdickungsmittel (z. B. MC, HEG).

Als Harze kommen in Frage: Polyisobutyl- oder Polybutyl- (z. B. Hyvis 10 der BP), Kollophoniumharze und seine Derivate (Ester, hydrierte Produkte, Abietylalkohol), Acrylatharze, Phenolharze, Terpen-Phenolharze, Polyterpene, Epoxidharze, Kohlenwasserstoffharze, Inden-Kumaronharze und Melaminharze.

Als Antioxidantien kommen in Frage: z. B. phosphorige Säure und deren Salze, unterphosphorige Säure und deren Salze, Ascorbinsäure und deren Derivate (spez. Ascorbylpalmitat), Tocopherol und dessen Derivate, Mischungen von Ascorbinsäure-Derivaten und Tocopherol-Derivaten, sterisch gehinderte Phenolderivate, speziell BHA tert.-Butyl-4-methoxyphenol und BHT (2,6-Di-tert.-butyl-4-methylphenol), Gallussäure und Derivate, spez. Alkylgallate, aromatische Amine, wie z. B. Diphenylamin, Naphthylamin und 1,4-Phenylendiamin, Dihydrochinolin, organische Sulfide und Polysulfide, Dithiocarbamate und Mercaptobenzimidazol.

Als Viskositätsregulatoren kommen in Frage: z. B. Celluloseether, gehärtetes Ricinusöl und hochdisperse Kieselsäuren sowie ionische und nichtionische Verdickungsmittel, wie z. B. Polyacrylsäure und assoziative Verdicker.

Als Füllstoffe bzw. Pigmente kommen in Frage: Kreide, Schwerspat, Kaolin, Ruß, Gips, Aerosil, Kieselgel,

Kaoline, Talkum, Graphit, Metalloxide von Aluminium, Eisen, Zink, Titan, Chrom, Kobalt, Nickel, Mangan etc., gegebenenfalls als Mischoxide, Chromate, Molybdate, Carbonate, Silikate, Aluminate, Sulfate, native Fasern, Cellulose, Holzspäne, Phthalocyanine und Quarzmehl.

Vorzugsweise werden nur Fettstoffe als Weichmacher verwendet, insbesondere keine Polyalkylenoxide und/oder deren fettchemische Derivate.

Die erfindungsgemäße Masse wird im allgemeinen folgendermaßen aus den Ausgangsstoffen hergestellt: Die Zugabe des erfindungsgemäßen Weichmachers zum Polymer bzw. zur Polymerdispersion kann nach, während oder vor der Polymerisation erfolgen. Die Formulierungen werden in der Regel so hergestellt, daß das Polymer bzw. die Polymerdispersion vorgelegt wird. Dann werden die anderen Bestandteile unter Rühren (ggf. unter erhöhter Temperatur) zugegeben.

Das Bindemittel kann bei Raumtemperatur (20°C) flüssig, pastös oder fest sein. Insbesondere ist es flüssig, und zwar zweckmäßigerweise eine wäßrige Dispersion mit einem Feststoffgehalt von 20 bis 85, vorzugsweise 35 bis 80, insbesondere 45 bis 75 Gew.-%.

Der Feststoffgehalt für Emulsionen oder Suspensionen des erfindungsgemäßen Bindemittels liegt zwischen 20 und 75 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 40 und 60 Gew.-%.

Die erfindungsgemäßen Weichmacher können in der Regel folgende Veränderungen an dem Styrol-Polymerisat bewirken:

- Die Glasumwandlungstemperatur wird herabgesetzt.
- Das Copolymerisat wird haftklebrig.
- Die Viskosität wird teilweise erhöht, teilweise verringert.
- Die Bruchdehnung wird drastisch erhöht.
- Die Dehnung bei der maximalen Kraft wird ebenfalls stark erhöht, was auf ein gummielastisches Verhalten hindeutet.

Von besonderer Bedeutung ist aber, daß diese Effekte permanent sind, d. h. ein Auswandern des Weichmachers wurde innerhalb von 3 Wochen bei 60°C nicht beobachtet. Dafür spricht folgende Versuchsdurchführung: Die Filme wurden 3 Wochen bei 60°C zwischen Silikonpapier gelagert und im Abstand von 3 Tagen bezüglich Verfleckung des Papiers beurteilt.

Aufgrund dieser Eigenschaften eignen sich die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen als Bindemittel zur Konfektionierung von Klebstoffen, Dichtungsmassen und Beschichtungsmassen.

Als Klebstoffe seien konkret genannt: Schmelz-, Lösungsmittel-, Dispersions-, Montage-, Haft- und Kontakt-Klebstoffe sowie Redispersionspulver, Alleskleber und Klebestifte. Zu verkleben sind damit: Papier, Pappe, Holz, Textilien, Wandbeläge, Fliesen, Etiketten, Leder, Gummi, Kunststoffe, Glas, Keramik und Metall. Als Beschichtungen seien genannt: Plastisol, Dispersionsfarbe und Isolierung von Dächern. Die Dichtungsmassen können sowohl im Bau- als auch im Fahrzeugbereich eingesetzt werden. Die erfindungsgemäße Masse kann auch hydraulischen Bindemitteln — zur Elastifizierung oder Haftverbesserung — zugesetzt werden, z. B. Zement oder Gips.

Die Erfindung wird durch folgende Beispiele erläutert:

#### Beispiele

#### Serie A

#### I. Ausgangsstoffe

1. Acronal 290 D = 50-%ige wäßrige Dispersion eines Styrol/Butylacrylat-Copolymeren (anionisch),
2. SÖ-Epox = epoxidiertes Sojaöl,
3. SÖ-Epox/DFS = Umsetzungsprodukt von epoxidiertem Sojaöl mit Dimerfettsäure in Kokos-2-ethylhexylester,
4. MeRi = Ricinolsäuremethylester,
5. MeTiO5 = Ölsäuremethylester,
6. ÖLM-Epox = Ölsäuremethylester epoxidiert,
7. MPG-Ester = Ester von Vorlauffettsäure mit Monophenylglykol,
8. KEH = Kokos-2-ethylhexylester,
9. RME = Rapsfettsäuremethylester.

#### II. Herstellung der Massen

100 Gew.-Teile von Acronal 290 D wurden mit den in der Tabelle angegebenen Mengen an Fettstoffen in einem Becherglas bei 60°C innerhalb von 30 Min. gemischt, bis die Dispersion homogen aussah.

#### III. Untersuchung der Massen

Die untersuchten Proben wurden folgendermaßen hergestellt: Die modifizierten Dispersionen wurden in Formen bei 40°C in einem Brutschrank verfilmt, 7 Tage im Normklima (23°C, 50% LF) gelagert und dann vermessen.

Die Feststoff-Konzentration (FK) wurde folgendermaßen bestimmt: 5 bis 10 g der Probe werden in einer

## DE 195 31 849 A1

Aluschale 2 Stunden bei 120 bis 130°C erhitzt. Dann wird zurückgewogen.

Die Viskosität (Visk.) wurde folgendermaßen bestimmt: Brookfield RVT (20°C).

Die Dehnung wurde unter folgenden Bedingungen bestimmt: Instron 4302, automatisches Materialprüfsystem Serie DX, Probenbreite 5 mm, Probendicke 1 mm, Probenlänge 15 mm, Zuggeschwindigkeit 200 mm/Min. Bestimmt wurde die Dehnung bei max. Kraft und beim Bruch. Die Kraft gibt die Reißkraft an.

Die Verträglichkeit der Komponenten (Schwitzen) wurde folgendermaßen bestimmt: Die Filme wurden bei 60°C zwischen Silikonpapier gelagert und nach 3 Wochen bezüglich Verfleckung des Papiers beurteilt.

Die Glasumwandlungs-Temperatur (TG) wurde folgendermaßen bestimmt: Meßzelle DSC 910 mit DuPont 2100, Al-Tiegel mit Deckel, 3 l/h N<sub>2</sub>, 20 K/Min.

Die Haftklebrigkeit (RK) wurde folgendermaßen bestimmt: Eine Stahlkugel (Durchmesser 20 mm, Gewicht 32,25 g) rollte eine Rampe (Höhe 26 mm, Laufstrecke 115 mm) auf einen Film der erfindungsgemäßen Zusammensetzung) hinunter. Die auf dem Polymerfilm zurückgelegte Strecke wurde gemessen (Angabe in mm).

Die einzelnen Ergebnisse wurden in der Tabelle zusammengefaßt. Sie zeigen:

- 15 — Die aliphatischen Weichmacher sind mit den aromatischen Copolymeren verträglich (kein Schwitzen).
- Die Glasumwandlungstemperatur wird stark verringert. Es werden Werte unter -10°C und sogar unter -20°C erhalten.
- Die Massen wurden bei ca. 10%igen Zusatz haftklebrig.
- 20 — In der Regel steigt die Viskosität stark an. Sie kann aber auch gleich bleiben oder gar abnehmen.
- Die Reißdehnung steigt an, teilweise sehr stark.

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Tabelle 1

| Lfd. Additiv    | FK    | Visk.  | Dehnung   | Dehnung Kraft     | Schwitzen | TG  | RK |
|-----------------|-------|--------|-----------|-------------------|-----------|-----|----|
| Nr. Art         | Menge | (mPas) | bei       | bei               |           |     |    |
|                 | %     |        | max.Kraft | N/mm <sup>2</sup> |           |     |    |
|                 |       |        | %         | %                 |           | °C  |    |
| 1. Ohne         | 0     | 7500   | 1598      | 57,80             | nein      | 21  |    |
| 2. SÖ-Epox      | 15    | 25000  | 5252      |                   | nein      | -20 |    |
| 3a. SÖ-Epox/DFS | 2,5   | 20000  | 4133      | 4140              |           |     |    |
| 3b. SÖ-Epox/DFS | 5     | 35000  | 5519      | 5522              |           |     |    |
| 3c. SÖ-Epox/DFS | 7,5   | 60000  | 5569      | 5564              |           | 2   |    |
| 3d. SÖ-Epox/DFS | 15    | 68000  | 7240      | 7245              |           | -9  | 47 |
| 3e. SÖ-Epox/DFS | 20    | 58000  | 7091      | 11340             |           | -15 |    |
| 4. Lackleimöl   | 7,5   | 36000  | 4886      | 4891              |           |     |    |
| 5. Meri         | 15    | 83000  | 1798      | 4840              | nein      |     | 11 |
| 6. ÖLM          | 7,5   | 17500  | 5893      | 5881              | nein      |     | 15 |

Fortsetzung Tabelle siehe nächste Seite

Fortsetzung Tabelle 1

| Lfd. Nr. | Additiv   | FK  | Menge<br>% | Visk.<br>(mPas) | Dehnung |            | Dehnung Kraft<br>bei N/mm <sup>2</sup> | Schwitzen | TG | RK |
|----------|-----------|-----|------------|-----------------|---------|------------|--|-----------|----|----|
|          |           |     |            |                 | bei     | max. Kraft |  |           |    |    |
|          |           |     |            |                 | %       | %          |  |           |    |    |
|          |           |     |            |                 |         |            | Bruch                                  |           |    |    |
|          |           |     |            |                 |         |            |  |           | °C |    |
| 7.       | ÖLM-Epox  | 7,5 | 53,55      | 29500           | 4401    | 4406       | 6,50                                   | nein      |    | 26 |
| 8.       | MPG-Ester | 7,5 | 53,41      | 28000           | 1736    | 3321       | 5,50                                   | nein      |    | 30 |
| 9.       | KEH       | 15  |            | 26750           | 6455    | 9975       | 3,20                                   | nein      |    |    |
| 10.      | Ricinusöl | 7,5 | 58,53      | 44000           | 4609    | 4620       | 10,50                                  |           | -2 |    |
| 11.      | RME       | 15  | 52,33      | 35000           | 6244    | 8915       | 3,00                                   | nein      |    |    |
| 12.      | Rüböl     | 7,5 | 55,23      | 36000           | 5032    | 5032       | 22,10                                  |           |    |    |

# DE 195 31 849 A1

## Serie B

92,5 Gew.-Teile von Acronal 290 D wurden mit 7,5 Gew.-Teilen Fettstoffen wie in Serie A gemischt und zu einem Film verarbeitet. Es wurden folgende Ergebnisse erhalten:

| Fettstoff                     | Visk.<br>(mPas) | Film-<br>eigenschaften             | Naß-<br>tack          | TG<br>(°C) |    |
|-------------------------------|-----------------|------------------------------------|-----------------------|------------|----|
| Laurinsäure-<br>methylester   | 36000           | transparent, stark<br>haftklebrig  | stark<br>fädenziehend | -11        | 10 |
| Myristinsäure-<br>methylester | 37000           | transparent, stark<br>haftklebrig  | stark<br>fädenziehend | -13        | 15 |
| Palmitinsäure-<br>methylester | 40000           | transparent,<br>leicht haftklebrig | nein                  | -15        | 20 |
| Stearinsäure-<br>methylester  | 20000           | leicht trübe,<br>nicht klebrig     | nein                  | -10        | 25 |
|                               |                 |                                    |                       |            | 30 |

## Serie C

90 Gew.-Teile von Acronal 290 D wurden mit 10 Gew.-Teilen Fettstoffen in einem Becherglas bei 60°C innerhalb von 30 Min. gemischt, bis die Dispersion homogen aussah. Dann wurden daraus Filme hergestellt, indem die Dispersionen in Formen bei 40°C in einem Trockenschrank 7 Tage bei 23°C und 50% rel. Luftfeuchtigkeit gelagert wurden.

In folgenden Fällen waren die Filme stark haftklebrig, gummielastisch und durchsichtig: Glycerintricaprylat, Ringöffnungsprodukt von Epoxystearinsäuremethylester mit Methanol oder Essigsäure- und Dimerfettsäuredimethylester.

Leicht haftklebrig, durchsichtig und gummielastisch waren die Filme in folgenden Fällen: Umsetzungsprodukt von Epoxystearinsäuremethylester mit Bernsteinsäure, mit Glykol (2 : 1) und mit Ricinolsäurebutylester sowie Erucasäuremethylester.

Kontaktklebrige, transparente und gummielastische Filme wurden mit Ocenol 90/95 (acetyliert) erhalten. Dabei handelt es sich um einen ungesättigten Fettalkohol mit 18 C-Atomen und einer Jodzahl von 90 bis 95.

Leicht trübe, stark haftklebrig und gummielastische Filme werden mit Umsetzungsprodukten von Epoxystearinsäuremethylester mit Trimethylolpropan (TMP, 3 : 1) oder mit Bernsteinsäuremonomethylester (1 : 1) erhalten.

Alle Filme "schwitzten" den Weichmacher nicht aus. Dazu wurden die Filme bei 60°C zwischen Silikonpapier gelagert und nach 3 Wochen auf Fettflecken im Papier untersucht.

## Serie D

Zu 7 Gew.-Teilen Mowilith DM 680 (wäßrige Dispersion von Homo-Polystyrol) wurden unter Rühren 3 Gew.-Teile von Epoxystearinsäuremethylester gegeben und 30 Min. bei 60°C gerührt. Das Homo-Polystyrol wurde dadurch extrem klebrig und gummielastisch. Die Viskosität der Dispersion bei 20°C betrug nur 1850 mPa·s.

Ein Vergleichsversuch, bei dem als Weichmacher Dibutylphthalat eingesetzt wurde, führte dagegen zu einer Viskosität von 5500 mPa·s bei 20°C. Es ließ sich kein homogener Film herstellen. Das Produkt war spröde und bröselig.

## Serie E

1. Lösungsverhalten von Kolophonharzen in Fettsäureestern: 8 Teile nichtkristallisierendes Balsamharz (Resitherm CA) wurde bei 80°C in 2 Teilen verschiedenen fettchemischen Substanzen und Monophenylglykol (als Referenz) gelöst. Dann wurde die Viskosität bei dieser Temperatur gemessen und die Lösung nach Abkühlen

# DE 195 31 849 A1

auf RT bezüglich ihrer Konsistenz beurteilt.

| Lfd.<br>Nr. | Lösungsmittel                           | Viskosität 80 °C<br>(Brookfield, RVT) | Konsistenz<br>bei Raumtemperatur |
|-------------|---|---------------------------------------|----------------------------------|
| 1           | Myristinsäuremethyl-<br>ester           | 550 mPa·s                             | mittelviskos                     |
| 2           | Ölsäuremethylester                      | 625                                   | hochviskos bis fest              |
| 3           | Epoxystearinsäure-<br>methylester       | 750                                   | hochviskos bis fest<br>separiert |
| 4           | Riciniolsäuremethyl-<br>ester           | 900                                   | hochviskos bis fest              |
| 5           | Kokos-2-ethylhexyl-<br>ester            | 800                                   | hochviskos bis fest              |
| 6           | Laurinsäuremethyl-<br>ester             | 275                                   | mittelviskos                     |
| 7           | Palmitinsäuremethyl-<br>ester           | 600                                   | hochviskos bis fest              |
| 8           | Epoxystearinsäure-<br>2-ethylhexylester | 525                                   | hochviskos bis fest<br>separiert |
| 9           | Monophenylglykol                        | 475                                   | mittelviskos                     |

Die Versuche zeigen, daß die Fettderivate insbesondere mit niedrigen Molmassen von 200 bis 400 und mit einer oder mehreren Esterfunktionen neben ihrer weichmachenden Wirkung auf Styrol-Polymere ausgezeichnete Löseeigenschaften für die in Fußboden-Klebstoffen üblicherweise eingesetzten Kolophonharze besitzen.



# DE 195 31 849 A1

## II. Anwendung der Harzlösungen bei Fußbodenklebstoffen

| 1. Grundmischung           | <u>Gewichtsanteile</u> | 5  |
|----------------------------|------------------------|----|
| Styrolacrylat (50 % FK)    | 24,0                   |    |
| Dispergierhilfsmittel      | 2,5                    |    |
| und Emulgatoren            |                        | 10 |
| Entschäumer                | 0,02                   |    |
| Konservierungsmittel       | 0,02                   |    |
| Butyltriglykol             | 1,0                    | 15 |
| Wasser                     | 5,0                    |    |
| Acrylatverdicker (25 % FK) | 0,2                    | 20 |
| Füllstoff (Kreide)         | 48,0                   |    |
| Harzlösung                 | 16,0                   |    |
| Einstellwasser             | <u>s. Beispiele</u>    | 25 |
| Summe:                     | <u>s. Beispiele</u>    |    |
|                            | <u>=====</u>           | 30 |

### 2. Harzlösung

|                          | <u>Beispiel 1</u> | <u>Beispiel 2</u> | <u>Beispiel 3</u> | 35 |
|--------------------------|-------------------|-------------------|-------------------|----|
| Kolophoniumharz          | 85,0              | 85,0              | 85,0              |    |
| Rapsölmethylester        | 15,0              | 0,0               | 0,0               |    |
| Laurinsäuremethylester   | 0,0               | 15,0              | 0,0               | 40 |
| Myristinsäuremethylester | 0,0               | 0,0               | 15,0              |    |
| Einstellwasser           | <u>1,1</u>        | <u>1,7</u>        | <u>1,0</u>        |    |
| Rezeptsumme:             | 97,84             | 98,44             | 97,74             | 45 |
|                          | <u>=====</u>      | <u>=====</u>      | <u>=====</u>      | 50 |

# DE 195 31 849 A1

## 3. Eigenschaften:

|    |                                      |       |       |       |
|----|--------------------------------------|-------|-------|-------|
|    | Viskosität; Haake VT 181 [mPas]      | 13600 | 14000 | 10400 |
| 5  | pH-Wert                              | 7,0   | 7,2   | 7,1   |
|    | Festkörpergehalt (105 °C, 24 h)      | 76,1  | 75,6  | 76,2  |
|    | Offene Zeit [min]                    | 20    | 20    | 25    |
| 10 | Schälwiderstand DIN 53278 [N/cm]:    |       |       |       |
|    | - Textilbelag mit Schaumrücken       | MB    | MB    | MB    |
| 15 | - Textilbelag mit synth. Zweitrücken | 13    | 12    | 10    |

MB = Materialbruch im Belag

## Serie F

10 g des Fettstoffes werden zu 90 g einer Dispersion von Styrol/Butylacrylat-Copolymer (Acronal-290-D, der Fa. BASF) gegeben und 1,5 min mit einem Ultra-Turrax T 25 bei einer Umdrehung von 240 001/min gemischt. Aus dem Gemisch wurde ein Film gegossen durch Ablüftung bei Raumtemperatur mit Umgebungsluft. Nach 6 Wochen Lagerung wurden folgende Ergebnisse erhalten.

Tabelle 4: Modifizierte Acrylat-Dispersionen

| Lfd. Nr. | Additiv               | Trübung        | Härte | Dehnbarkeit | Rückstellkraft | Reißfestigkeit | Haftklebrigkeit |
|----------|-----------------------|----------------|-------|-------------|----------------|----------------|-----------------|
| 7        | ohne                  | keine          | hart  | sehr gering | gering         | sehr groß      | keine           |
| 8        | Ca-Stearat            | undurchsichtig | hart  | sehr gering | -              | groß           | keine           |
| 9        | Glycerinmonooleat     | wenig trübe    | weich | groß        | groß           | groß           | mittel          |
| 10       | Ricinusöl             | wenig trübe    | weich | groß        | groß           | mittel         | mittel          |
| 11       | Sojaöl                | undurchsichtig | weich | mittel      | mittel         | mittel         | mittel          |
| 12       | Dericolenöl 70a)      | undurchsichtig | weich | mittel      | mittel         | mittel         | gering          |
| 13       | Lackleinöl            | klar           | weich | mittel      | mittel         | mittel         | mittel          |
| 14       | Sovermol-POL-1068-1b) | wenig          | weich | groß        | groß           | groß           | gering          |

a) Dericolenöl 70 = teildehydriertes Ricinusöl (Fa. Henkel)

b) Sovermol-POL-1068-1 = Umsetzungsprodukt von Sojabl Leopoxid und Methanol (Fa. Henkel)

|    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |   |
|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|---|
| 85 | 50 | 45 | 40 | 35 | 30 | 25 | 20 | 15 | 10 | 5 |
|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|---|

# DE 195 31 849 A1

## Serie G

Folgende Zusammensetzung (in Gew.-%) eignet sich gut als Fugendichtmasse:

- 5 28,45 Acronal 290 D
- 3,00 Epoxystearinsäuremethylester
- 65,00 Kreide
- 0,25 Ammoniak
- 2,00 Wasser
- 10 1,00 TiO<sub>2</sub>
- 0,30 Netzmittel

- Nach 4 Wochen Lagerung bei Normalklima wurden Prüfkörper nach DIN 18 540 hergestellt und untersucht. Das Rückstellvermögen beträgt 22%, wenn man den Prüfkörper um 100% dehnt und nach 24 Stunden bei Raumtemperatur 1 Stunde entspannen läßt.
- 15 Die Reißdehnung und der E 100-Modul wurden nach der DIN EN 28 339, Verfahren A, bei 23°C bestimmt. Es wurden folgende Werte erhalten: (Der E 100-Modul ist der Dehn/Spannungs-Wert bei 100% Dehnung).

|           | Reißdehnung [%] | E 100-Modul |
|-----------|-----------------|-------------|
| 20 Beton  | 120             | 0,04        |
| Holz      | 130             | 0,05        |
| 25 PVC    | 105             | 0,015       |
| Aluminium | 185             | 0,06        |

## 30 Patentansprüche

1. Bindemittel auf der Basis von Homo- oder Copolymeren des Styrols, gekennzeichnet durch einen Gehalt an Fettstoffen.
2. Bindemittel nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch einen Gehalt an 0,5 bis 60, vorzugsweise 10 bis 50 und insbesondere 15 bis 40 Gew.-% an Fettstoffen, bezogen auf das Bindemittel insgesamt.
- 35 3. Bindemittel nach Anspruch 1 oder 2, gekennzeichnet durch Derivate von Fettsäuren oder Fettalkoholen, insbesondere Triglyceride von höheren Fettsäuren und vorzugsweise natürliche Fette und Öle als Fettstoffe.
4. Bindemittel nach mindestens einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß es auf einem physikalisch und/oder chemisch abbindenden Polymeren mit einem Molekulargewicht von 8000 bis 2 000 000, vorzugsweise 10 000 bis 800 000 und insbesondere von 30 000 bis 300 000 basiert.
- 40 5. Bindemittel nach mindestens einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß mehr als 30, insbesondere mehr als 50 Gew.-% Styrol in dem Styrol-Polymerisat sind.
6. Bindemittel nach mindestens einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß es bei 20°C flüssig oder streichfähig ist und insbesondere eine wäßrige Dispersion mit einem Feststoffgehalt von 20 bis 85, vorzugsweise 35 bis 80 und insbesondere 45 bis 75 Gew.-% ist.
- 45 7. Herstellung des Bindemittels nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man den Fettstoff dem Styrol-Polymerisat vor, bei oder nach seiner Herstellung zusetzt, insbesondere einer wäßrigen Dispersion des Styrol-Polymerisates.
- 50 8. Verwendung der Bindemittel nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6 zum Kleben, Beschichten und Dichten.
9. Verwendung nach Anspruch 8, gekennzeichnet durch das Kleben, Beschichten und Dichten von Holz, Pappe, Papier, Wandbelägen — insbesondere Tapeten —, Kork, Leder, Filz, Textilien, Kunststoffen — insbesondere Bodenbelägen aus PVC, Linoleum und Polyolefinen, sei es in Form von Folien oder textilen
- 55 Flächegebilden —, mineralischen Substraten — insbesondere Glas, Quarz, Schlacken, Gestein und Keramik — und Metallen, insbesondere mit unterschiedlichem elastischem Verhalten oder unterschiedlichem Wärmeausdehnungskoeffizienten der Substrate.
10. Verwendung nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Dichtungsmasse eine Fugendichtungs-  
masse ist.